RTL と 3 ウェイスプリッタを駆使した複数検出器によるイチゴ抽出物中の未知物質の同定

アプリケーション

Chin-Kai Meng

食品安全／環境

ハイライト

スプリッタは、カラム溶出ガスを複数の検出器 (MSD、DFPD、μECD 等) に分けるキャピラリフロー技術を使用しています。スプリッタを駆使することにより、システムとして包括的なスクリーニングと定量を行うことができます。

RTL、選択的検出器を用いたクロマトグラム、および農薬物質 RTL データベースを組み合わせることで、微量の農薬残留物を、フルスキャンマススペクトルを使用せずに同定しました。

野菜や果物抽出物の分析は夾雑物が多く、とても厄介な分析です。そのため、例えば GC においてその抽出物中の微量の農薬類を分析するには、NPD、μ-ECD や FPD といった選択型検出器を使用するのが一般的です。GC/MS は GC で検出された化合物の確認のために使用されています。ここで紹介するアプリケーションはその GC/MS システムに 3 つに分岐させたスプリッタをつけ、MSD の他、 2 つの GC 検出器つないでいます。すなわち、このシステムを使えば、 1 回の分析で 4 つのシグナル (2 つの GC 検出器と MSD の Scan と SIM) を見ることができます。分岐させることによって感度低下は起こってしまいますが、各検出器からの情報と解析のためのデコンボリューションソフトウエア (DRS) をくみあわせることによって、農薬分析には大きな力を発揮することができるのです。

今回使用したシステムは、7890-5975C MSD に 3 ウェイススプリッタを付け、他の検出器として μ-ECD 及びデュアル FPD を付けたものです。Fig.1 には、一回の注入における GC/MSD の TIC と μ-ECD、FPD (P) と FPD (S) の 4 つのクロマトグラムをイチゴ抽出物を例として示しています。それぞれのシグナルと DRS を使うことによって、41 分に検出される未知化合物以外の目的成分はすべて見出すことができました。その未知化合物は μ-ECD、FPD (P) と FPD (S) で検出されましたが、GC/MSD の Scan 分析で検出されなかったため、同定することはできませんでした。

しかし、分析では RTL (リテンションタイムロッキング) の手法を用いていたため、農薬のデータベースより検索できる可能性が残っています。また、この未知化合物は電子捕獲しやすい原子 (例えば Cl や Br)、P 原子及び S 原子が含まれていることがわかっているため、データベースの保持時間 41 分 ±0.5 分の間で該当する成分を検討しました。その結果、表 1 . の中で 40.74 分に検出される Temephos (テメフォス) がすべての基準を満たすことがわかりました。それをもとに GC/MSD の Scan データの抽出イオンを確認したところ、Fig.2 で示す 4 つのイオン (466,125,93 及び 109) が弱いながら確認することができ、未知化合物が Temephos (テメフォス) であることがわかりました。

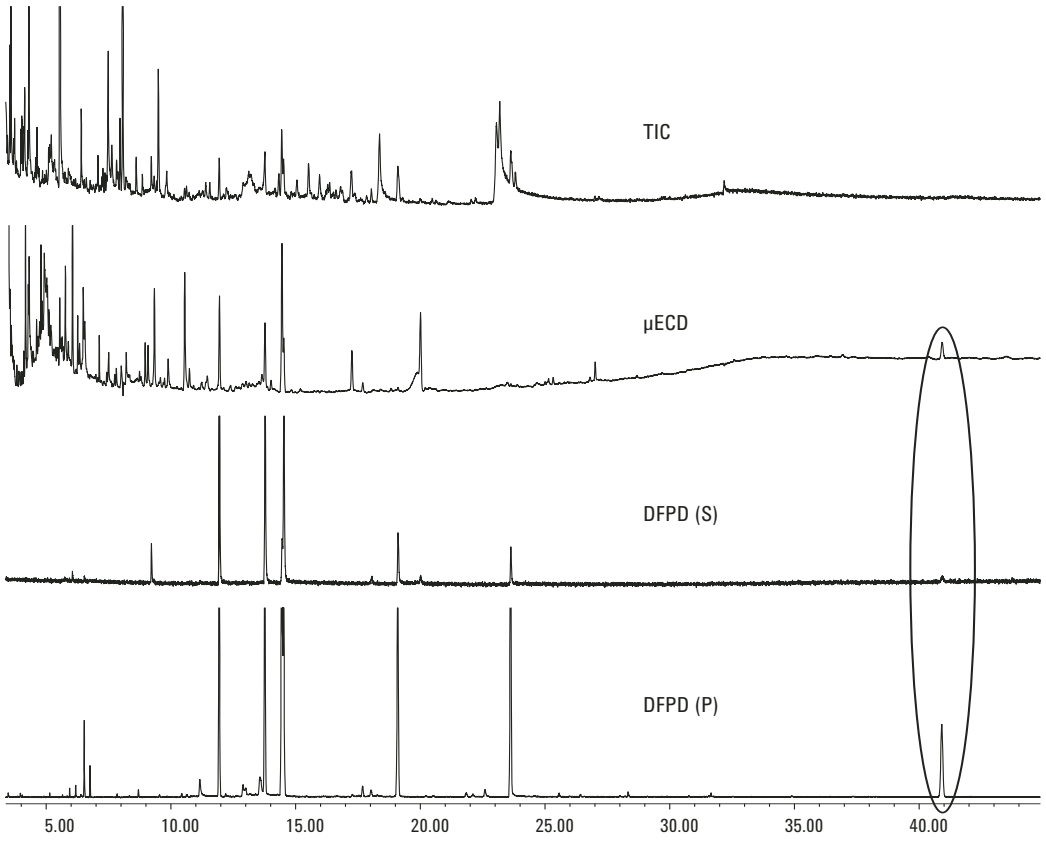

図 1.　GC シグナルによって検出されイチゴ抽出物 TIC では見つからない未知の化合物

表 1　RTLPest3.tab ファイルから抽出された化合物のリスト

名前	CAS	分子式	分子量	R.T.	ターゲットイオン	Q1	Q2	Q3
Fluthiacet-methyl	117337196	$C_{15}H_{15}ClFN_3O_3S_2$	403.9	39.10	403	56	405	232
Benzo[g,h,i]perylene	191242	$C_{22}H_{12}$	276.3	39.13	276	277	138	275
Temephos	3383968	$C_{16}H_{20}O_6P_2S_3$	466.5	40.74	466	125	93	109
PBB 169 hexabrombiphenyl	60044260	$C_{12}H_4Br_6$	627.6	40.93	308	468	148	154
Rotenone	83794	$C_{23}H_{22}O_6$	394.4	41.70	192	191	394	177

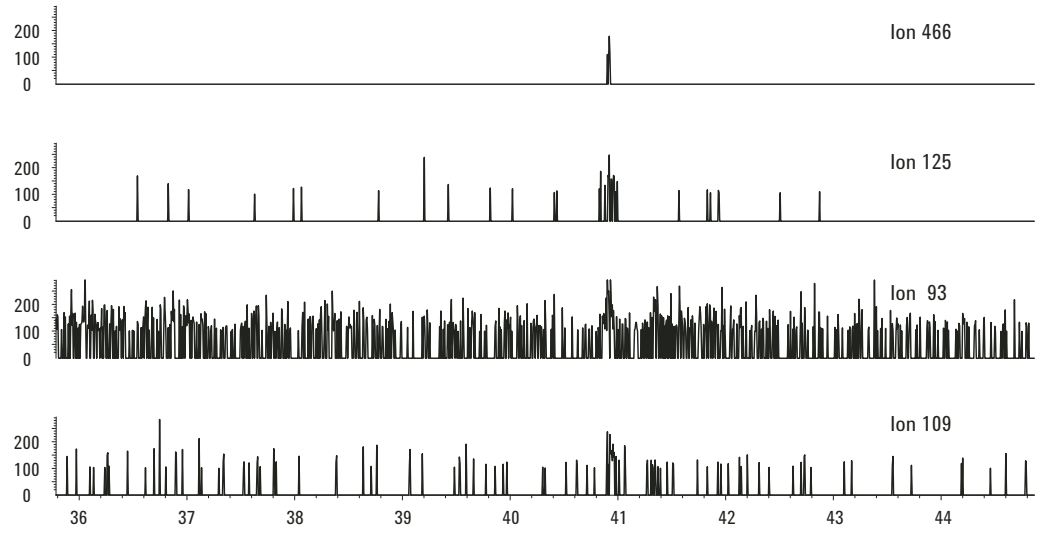

図 2.　　ターゲットイオン 466 (Temephos) と 3 つのクォリファイアイオンの EIC

参考文献

1. Chin-Kai Meng and Bruce Quimby, "Identifying Pesticides with Full Scan, SIM, µECD, and FPD from a Single Injection," Application Note, 5989-3299, July 2005.
2. Mike Szelewski and Bruce Quimby, "New Tools for Rapid Pesticide Analysis in High Matrix Samples," Application Note, 5989-1716, October 2004.

謝辞

イチゴ抽出物は、USDA Agricultural Research Service (Wyndmoor, Pennsylvania, USA) の Dr. Steven Lehotay からのご好意により、ご提供いただきました。

追加情報

弊社の製品およびサービスに関する追加情報は、
弊社 Web サイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2007
Agilent は、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害ついて一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

Printed in Japan
December 13, 2006
5989-6007JAJP

Agilent Technologies